

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-092800

(43)Date of publication of application : 10.04.1998

(51)Int.Cl.

H01L 21/31
C23C 14/12
H01L 21/312

(21)Application number : 08-262319

(71)Applicant : ULVAC JAPAN LTD

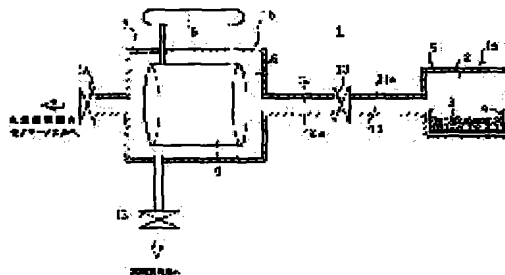
(22)Date of filing : 12.09.1996

(72)Inventor : IIDA KEIKO

(54) EVAPORATION SOURCE AND VACUUM TREATMENT CHAMBER PROVIDED WITH EVAPORATION SOURCE, AND FORMING METHOD OF ORGANIC COMPOUND FILM**(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To eliminate impurities of raw material monomer in an evaporation sources by installing a cooling through heating equipment and an exhauster in at least one out of evaporation sources.

SOLUTION: After valves 10, 13 are opened and the pressure in an evaporation source 1a is set, a raw material monomer 3 in an evaporation tank 2 is heated and sublimated by an evaporation source heater 5 and made to stick on a cooled cylindrical vessel 9 in a vacuum vessel 6 of an evaporation source 1b. The valves 10, 13 are closed, the cooling of the vessel 9 is stopped, and the monomer 3 sticking on the vessel 9 is heated by a vacuum vessel heater 7. A valve 14 is opened, and the monomer 3 is introduced into a vacuum treatment chamber from a monomer nozzle. The raw material monomer is once subjected to vacuum treatment between the evaporation source and the heating cooling equipment. Thereby raw material monomer of organic compound of high impurity can be easily obtained.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 28.10.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3516819

[Date of registration] 30.01.2004

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-92800

(43) 公開日 平成10年(1998) 4月10日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

H 0 1 L 21/31

H 0 1 L 21/31

B

C 2 3 C 14/12

C 2 3 C 14/12

H 0 1 L 21/312

H 0 1 L 21/312

B

審査請求 未請求 請求項の数 3 F D (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平8-262319

(22) 出願日 平成8年(1996) 9月12日

(71) 出願人 000231464

日本真空技術株式会社

神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地

(72) 発明者 飯田 敬子

茨城県つくば市東光台5-9-7 日本真

空技術株式会社筑波超材料研究所内

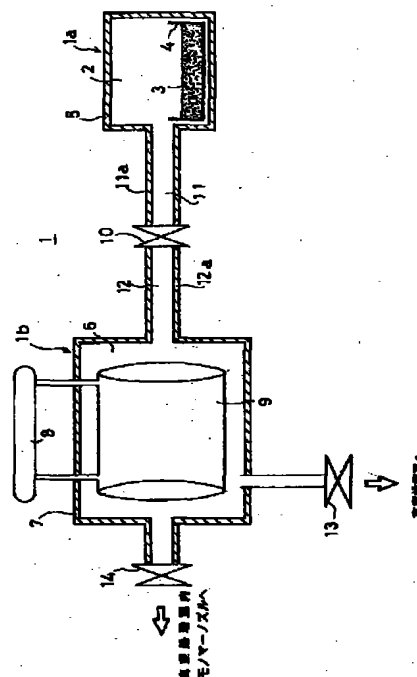
(74) 代理人 弁理士 北村 欣一 (外2名)

(54) 【発明の名称】 蒸発源および蒸発源を備えた真空処理室、有機化合物膜の成膜方法

(57) 【要約】

【課題】 蒸発源内で原料モノマーの不純物を取り去り、純度の高い原料モノマーを供給してパーティクルの少ない有機化合物膜を成膜する方法の提供。

【解決手段】 真空処理室内で有機化合物膜の二種類の原料モノマーを夫々の蒸発源より蒸発させ、基板上に蒸着重合させて有機化合物膜を成膜する方法において、原料モノマーのうち少なくとも一方の原料モノマーの蒸発を蒸発源に加熱冷却装置および排気装置を取付けた蒸発源を用いて蒸発させて有機化合物膜を成膜する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 真空中で基板上に形成する有機化合物膜の二種類の原料モノマーを蒸発させるための蒸発源において、蒸発源のうち少なくとも一方の蒸発源は蒸発源に加熱冷却装置と排気装置を取付けた構成としたことを特徴する蒸発源。

【請求項2】 真空中で基板上に形成する有機化合物膜の二種類の原料モノマーを蒸発させるための蒸発源を備えた真空処理室において、蒸発源のうち少なくとも一方の蒸発源は蒸発源に加熱冷却装置と排気装置を取付けた構成としたことを特徴する蒸発源を備えた真空処理室。

【請求項3】 真空処理室内で有機化合物膜の二種類の原料モノマーを夫々の蒸発源より蒸発させ、基板上に蒸着重合させて有機化合物膜を成膜する方法において、原料モノマーのうち少なくとも一方の原料モノマーの蒸発は蒸発源に加熱冷却装置および排気装置を取付けた蒸発源を用いて蒸発させることを特徴とする有機化合物膜の成膜方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、蒸発源および蒸発源を備えた真空処理室、有機化合物膜の成膜方法に関するものであり、更に詳細には、例えば半導体素子の絶縁膜、パッシベーション膜、ソフトエラー膜、液晶配向、プラスチックコンデンサーの誘電体、射出成形金型の断熱膜等に用いられる有機化合物膜を成膜する際に、該有機化合物膜の原料モノマーを蒸発させるために用いる蒸発源および蒸発源を備えた真空処理室、有機化合物膜の成膜方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、前記有機化合物膜の原料モノマーとなる有機化合物は、無機化合物に比べて、蒸気圧が高く、低温度で蒸発（昇華）し、真空中での蒸発温度は、一般にマイナス10℃からプラス250℃の範囲にある。

【0003】そして、この種の有機化合物膜の原料モノマーを蒸発させる蒸発源としては、従来はボートを用い、抵抗加熱によって原料モノマーを直接加熱して蒸発させるもの、ボートの近傍に配設された加熱ヒーター等の輻射装置で原料モノマーを輻射加熱して蒸発させるもの、或いは、通常のCVD（Chemical Vapor Deposition）法と同様に真空処理室の外側で加熱蒸発して得られたガス状の原料モノマーを配管を介して真空処理室内に導入させるもの等が知られている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】従来の有機化合物膜の原料モノマーには、市販の有機化合物をそのまま利用している。しかし、既製品では、純度が100%ではないため、少なくとも0.1%以上の不純物を含んでいるのが現状である。例えばピロメリト酸二無水物の場合の工場出

荷の規格値が純度99.2%であったとすると、1kg中には、既に少なくとも8gの不純物を含んでいることになる。原料モノマーの種類、保管状況によっては、大気中の水（湿気）等と反応し、更に不純物を増加させることになる。

【0005】これら有機化合物膜の原料モノマーを用いて基板上に有機化合物の蒸着重合膜を成膜すると、膜中にこれら不純物が反応しないで、パーティクルとして残ってしまい、凹凸やピンホールのある膜が出来てしまう。

【0006】そこで、蒸発中に有機化合物粉体が蒸発源の外へ飛散するのを防ぎ、ピンホールのない膜を成膜するという目的で、特開平6-349809号公報で「有機化合物原料を収容した蒸発材料容器を加熱して有機化合物を蒸発させるようにした有機化合物用蒸発源において、有機化合物蒸発源の上部にフィルタを設け、有機化合物原料粉体を蒸発材料容器の外へ飛散させないようにした有機化合物用蒸発源」が提案されている。そしてフィルタとして発泡金属を用いている。

【0007】しかし、前記特開平6-349809号公報で提案の有機化合物用蒸発源の場合は、フィルタ（発泡金属）で有機化合物原料粉体の飛散を防止することが出来ても、原料モノマーの不純物は、原料モノマーと共にフィルタ（発泡金属）を通過してしまう。そのため、膜厚が $0.1\mu\text{m}$ （ $1\times 10^3\text{\AA}$ ）以下の薄膜であれば影響は少ないが、膜厚が $10\mu\text{m}$ （ $1\times 10^5\text{\AA}$ ）以上の厚膜を成膜すると、この不純物が核成長し、数 μm 以上の凹凸が生成されてしまう。

【0008】原料モノマーの飽和蒸気圧の差を利用し、蒸発量を抑制し、純度が100%の原料モノマーのみを蒸発させれば、この問題を解消することが出来るが、この場合、成膜速度が5分の1以下になり、実用的ではない。

【0009】本発明は、上記のような従来の問題点を解決するもので、蒸発源内で原料モノマーの不純物を取り去り、パーティクルの少ない有機化合物膜を成膜することが可能な蒸発源および蒸発源を備えた真空処理室、有機化合物膜の成膜方法を提供することを目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明の蒸発源は、真空中で基板上に形成する有機化合物膜の二種類の原料モノマーを蒸発させるための蒸発源において、蒸発源のうち少なくとも一方の蒸発源は蒸発源に加熱冷却装置と排気装置を取付けた構成としたことを特徴する。

【0011】また、蒸発源を備えた真空処理室は、真空中で基板上に形成する有機化合物膜の二種類の原料モノマーを蒸発させるための蒸発源を備えた真空処理室において、蒸発源のうち少なくとも一方の蒸発源は蒸発源に加熱冷却装置と排気装置を取付けた構成としたことを特徴する。

【0012】また、有機化合物膜の成膜方法は、真空処理室内で有機化合物膜の二種類の原料モノマーを夫々の蒸発源より蒸発させ、基板上に蒸着重合させて有機化合物膜を成膜する方法において、原料モノマーのうち少なくとも一方の原料モノマーの蒸発は蒸発源に加熱冷却装置および排気装置を取付けた蒸発源を用いて蒸発させることを特徴とする。

【0013】【作用】加熱冷却装置と排気装置とを取付けた蒸発源に入っている一方の原料モノマーを加熱し、蒸発源に連なる加熱冷却装置を冷却すると共に、排気装置で排気することにより、飽和蒸気圧の差を利用して、原料モノマーのみが昇華精製され、冷却されている加熱冷却装置内に付着するようになる。この時原料モノマー中の不純物は、元の蒸発源にとどまるため、容易に分離出来るようになる。

【0014】次に、排気装置の排気を止め、加熱冷却装置に接続されている真空処理室側から排気すると共に、加熱冷却装置の冷却を停止し、これを加熱することにより、この加熱冷却装置内に付着していた原料モノマーが蒸発し、真空処理室内に導入される。真空処理室内に導入された一方の原料モノマーは、他の蒸発源で加熱され、蒸発し、真空処理室内に導入された他方の原料モノマーと基板上で蒸着し、重合して有機化合物膜が成膜されるようになる。

【0015】

【発明の実施の形態】本発明の蒸発源は、原料モノマーを蒸発させる蒸発源のうち一方の蒸発源を、蒸発源と、加熱冷却機構と蒸発源内を独自に排気出来る真空排気装置を取付けた蒸発源との二段構造を備える機構とした蒸発源である。

【0016】本発明の蒸発源の構成を添付図面にに基づき説明する。

【0017】図1は本発明の蒸発源の1実施例を示す。

【0018】図中、1は蒸発源全体を示し、蒸発源1aと蒸発源1bの二部構成になっている。

【0019】蒸発源1aは蒸発槽2、原料モノマー3および原料モノマー3を充填するためのアルミニウム製または銅製のルツボ4および蒸発槽2を覆っている蒸発源ヒーター5で構成されている。

【0020】また、蒸発源1bは金属製の真空容器6と真空容器6を覆っている真空容器ヒーター7で構成されている。そして、真空容器6内には冷媒循環器8を介して水または不凍液のような冷媒を循環して冷却出来る金属製の円筒状容器9が配置されている。

【0021】また、蒸発源1aと蒸発源1bはバルブ10を介して蒸発源1a側に配管ヒーター11aを備える配管11と、蒸発源1b側に配管ヒーター12aを備える配管12とで接続されている。

【0022】また、蒸発源1bは排気バルブ13を介して図示されていない真空排気系と接続されている。ま

た、蒸発源1bはバルブ14を介して全方向蒸着重合装置（日本真空技術株式会社製、商品名VEP3040）の真空処理室内のモノマーノズルと接続するようにした。

【0023】このように、蒸発源1bは真空容器6と、真空容器6を覆っている真空容器ヒーター7と、真空容器6内の冷却機構を備えた円筒状容器9とから成る加熱冷却装置と、排気バルブ13を介して接続された真空排気系から成る排気装置を備えた構成である。

【0024】次に、前記構成の蒸発源を備えた真空処理室の構成を添付図面にに基づき説明する。

【0025】図2は図1の蒸発源1（蒸発源1aと蒸発源1b）を全方向蒸着重合装置（日本真空技術株式会社製、商品名VEP3040）の真空処理室に接続した場合の1例の構成図である。

【0026】先ず、図2に示すように、図1に示す蒸発源1（蒸発源1aと蒸発源1b）をバルブ14を介して真空処理室15内のモノマーノズル16に接続した。

【0027】図2に示す装置には、本発明の蒸発源1aと蒸発源1bから成る蒸発源1の他に、蒸発源1cを有する。

【0028】蒸発源1cは蒸発槽17、原料モノマー18および原料モノマー18を充填するためのアルミニウム製または銅製のルツボ19および蒸発槽17を覆っている蒸発源ヒーター20で構成されている。

【0029】また、蒸発源1cはバルブ21に配管ヒーター22aを備える配管22を接続すると共に、蒸発源1cをバルブ21を介して真空処理室15内のモノマーノズル23に接続した。

【0030】また、全方向同時蒸着装置の真空処理室15内には有機化合物膜の原料モノマー3、18を蒸着させ、重合させて有機化合物膜を形成するための基板24を基板保持装置（図示せず）に保持するようにした。

【0031】また、全方向同時蒸着装置の真空処理室15は排気バルブ25を介して図示されていない真空排気系が接続されている。また、真空処理室15の全壁部には加熱ヒーター26が配置されている。また、前記真空処理室15と排気バルブ25に接続されている真空排気系配管27には配管ヒーター27aが配置されている。

【0032】

【実施例】前記図2に示す装置を用いて本発明の有機化合物膜の成膜方法の具体的実施例を比較例と共に説明する。

【0033】実施例1

本実施例は有機化合物膜の原料モノマーとしてピロメリト酸二無水物（以下PMDAと称する）と、4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル（以下ODAと称する）を用いてポリイミド膜の成膜例である。

【0034】また、基板24としてステンレス製の大きさ縦100mm×横100mm×厚さ1mmの平板状のものをを用いた。

【0035】 先ず、蒸発源1a内のルツボ4に原料モノマー3としてPMDAを200g充填した。そして、バルブ10とバルブ13を開き、バルブ13に接続してある真空排気系を介して蒸発源1a内の圧力を予め 1.3×10^{-3} Pa (1×10^{-5} Torr)に設定した。尚、バルブ14は閉じた状態とした。

【0036】 続いて、蒸発源ヒーター5で蒸発槽2内のPMDAを温度 $210 \pm 0.2^\circ\text{C}$ に加熱し、昇華させ、バルブ10を介して蒸発源1bの真空容器6内の円筒状容器9に付着させた。この時、配管ヒーター11aで配管11を、また配管ヒーター12aで配管12を夫々温度 $200 \pm 0.2^\circ\text{C}$ に加熱した。また、予め冷媒循環器8を介して循環せる冷媒（不凍液）で円筒状容器9を温度 $-2 \pm 0.2^\circ\text{C}$ に冷却した。

【0037】 すると、円筒状容器9には白色のPMDAが約190g付着しており、蒸発源1a内のルツボ4内には綿状の残渣（PMDAの不純物であるピロメリト酸）が残っていた。

【0038】 続いて、バルブ10とバルブ13を閉じ、冷媒循環器8を介して循環せる冷媒による円筒状容器9の冷却を停止すると共に、真空容器ヒーター7で円筒状容器9に付着しているPMDAを温度 $210 \pm 0.2^\circ\text{C}$ に加熱した。

【0039】 次に、蒸発源1c内のルツボ19に原料モノマー18としてODAを200g充填した。また、バルブ21を開き、真空処理室15の排気バルブ25に接続した真空排気系を介して蒸発源1c内の圧力を予め 1.3×10^{-3} Pa (1×10^{-5} Torr)に設定した。

【0040】 続いて、バルブ21を閉じ、蒸発源ヒーター20で蒸発槽19内のODAを温度 $183 \pm 0.2^\circ\text{C}$ に加熱した。

【0041】 尚、真空処理室ヒーター26で真空処理室15を、また、配管ヒーター27aで真空排気系配管27を夫々温度 $200 \pm 0.2^\circ\text{C}$ に加熱した。

【0042】 次に、バルブ14とバルブ21とを同時に開き、PMDAをバルブ14を介してモノマーノズル16より真空処理室15内に導入すると共に、ODAをバルブ21を介してモノマーノズル23より真空処理室15内に導入した。

【0043】 真空処理室15内へのPMDAとODAの導入1時間後、バルブ14とバルブ21とを同時に閉じて、真空処理室15内へのPMDAとODAの導入を停止して、基板24表面全体に膜厚 $10 \mu\text{m}$ ($1 \times 10^5 \text{ \AA}$)のポリイミド膜を成膜した。

【0044】 尚、基板24へのポリイミド膜の成膜速度は $16 \mu\text{m}$ ($1.6 \times 10^6 \text{ \AA}$) / 分 (min)とした。また、PMDAとODAは化学量論的にポリイミド膜が形成されるように1:1のモル比で蒸発させるようにした。また、成膜中は基板24の温度は 200°C とした。また、成膜中の真空処理室15内の圧力は 0.1 Pa (1×10^{-3} Torr)とし

た。

【0045】 続いて、真空処理室15内を常圧にした後、真空処理室15内より基板24を取り出し、基板24を見たところ、表面には凹凸が極めて少ない、きれいなポリイミド膜が形成されていた。

【0046】 基板24上に成膜されたポリイミド膜の表面状態〔金属顕微鏡写真（倍率100倍）〕を図3に示す。

【0047】 比較例1

本比較例は従来法により有機化合物膜の原料モノマーとしてピロメリト酸二無水物（以下PMDAと称する）と、4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル（以下ODAと称する）を用いてポリイミド膜の成膜例である。

【0048】 また、基板24としてステンレス製の大きさ縦100mm×横100mm×厚さ1mmの平板状のものをを用いた。

【0049】 また、本比較例は従来法と同様に図2に示す蒸発源1bを機能させずにポリイミド膜を成膜した場合である。そして、排気バルブ13は常に閉じた状態とし、バルブ14は常に開いた状態とした。また、配管ヒーター12aで配管12を、また、真空容器ヒーター7で蒸発源1bの真空容器6を温度 $200 \pm 0.2^\circ\text{C}$ に加熱した。

【0050】 先ず、蒸発源1a内のルツボ4に原料モノマー3としてPMDAを200g充填した。そして、バルブ10と真空処理室15に接続した排気バルブ25を開き、排気バルブ25に接続してある真空排気系を介して蒸発源1a内の圧力を予め 1.3×10^{-3} Pa (1×10^{-5} Torr)に設定した。

【0051】 続いて、バルブ10を閉じ、蒸発源ヒーター5で蒸発槽2内のPMDAを温度 $210 \pm 0.2^\circ\text{C}$ に加熱した。また、配管ヒーター11aで配管11を温度 $200 \pm 0.2^\circ\text{C}$ に加熱した。

【0052】 次に、蒸発源1c内のルツボ19に原料モノマー18としてODAを200g充填した。また、バルブ21を開き、真空処理室15の排気バルブ25に接続した真空排気系を介して蒸発源1c内の圧力を予め 1.3×10^{-3} Pa (1×10^{-5} Torr)に設定した。

【0053】 続いて、バルブ21を閉じ、蒸発源ヒーター20で蒸発槽19内のODAを温度 $183 \pm 0.2^\circ\text{C}$ に加熱した。また、配管ヒーター22aで配管22を温度 $200 \pm 0.2^\circ\text{C}$ に加熱した。

【0054】 尚、真空処理室ヒーター26で真空処理室15を、また、配管ヒーター27aで真空排気系配管27を夫々温度 $200 \pm 0.2^\circ\text{C}$ に加熱した。

【0055】 次に、バルブ10とバルブ21とを同時に開き、PMDAをバルブ10を介してモノマーノズル16より真空処理室15内に導入すると共に、ODAをバルブ21を介してモノマーノズル23より真空処理室15内に導入した。

【0056】真空処理室15内へのPMDAとODAの導入1時間後、バルブ10とバルブ21とを同時に閉じて、真空処理室15内へのPMDAとODAの導入を停止して、基板24表面全体に膜厚 $10\mu\text{m}$ ($1\times 10^5\text{\AA}$)のポリイミド膜を成膜した。

【0057】尚、基板24へのポリイミド膜の成膜速度は $16\mu\text{m}$ ($1.6\times 10^6\text{\AA}$) / 分 (min) とした。また、PMDAとODAは化学量論的にポリイミド膜が形成されるように1:1のモル比で蒸発させるようにした。また、成膜中は基板24の温度は 200°C とした。また、成膜中の真空処理室15内の圧力は 0.1Pa ($1\times 10^{-3}\text{ Torr}$)とした。

【0058】続いて、真空処理室15内を常圧にした後、真空処理室15内より基板24を取出し、基板24を見たところ、表面には凹凸のあるポリイミド膜が形成されていた。

【0059】基板24上に形成されたポリイミド膜の表面状態 [金属顕微鏡写真 (倍率100倍)] を図4に示す。

【0060】図3および図4から明らかなように、本発明の蒸発源を用いた実施例1は表面が平らであるのに対し、本発明の蒸発源を用いない従来法による比較例1は表面が凹凸であることが分かる。

【0061】次にPMDAの加熱温度を種々変えてポリイミド膜を成膜した場合における、PMDAの加熱温度と成膜されたポリイミド膜のパーティクル密度との関係調べることにした。

【0062】実施例2

ポリイミド膜の成膜条件を

- ① 基板：スライドガラス (大きさ $76\text{mm}\times 26\text{mm}\times$ 厚さ 1mm)
- ② 原料モノマーの加熱温度
ODA： $183\pm 0.2^\circ\text{C}$
PMDA： $210\pm 0.2^\circ\text{C}$ 、 $230\pm 0.2^\circ\text{C}$ の2種類
- ③ 基板温度： 200°C
- ④ 成膜中の真空処理室内の圧力： 1Pa ($7.5\times 10^{-3}\text{ Torr}$)
- ⑤ 成膜時間：PMDA温度 $210\pm 0.2^\circ\text{C}$ の場合は2時間
PMDA温度 $230\pm 0.2^\circ\text{C}$ の場合は1.5時間

パーティクル密度 (個/ cm^2)	実施例2 本発明の蒸発源使用 PMDA ($^\circ\text{C}$)	比較例2 既存の蒸発源使用 PMDA ($^\circ\text{C}$)
$x<5$	210、230	160
$5\leq x\leq 10$	—	170
$10<x$	—	180、210

尚、表中の—はパーティクルを測定しなかったことを表わす
また、パーティクルサイズは $\phi 10\mu\text{m}$ 以上である

尚、表1におけるパーティクル密度は全て成膜されたポリイミド膜の膜厚 $10\mu\text{m}$ で対比した。

【0067】表1から明らかなように、本発明の蒸発源

尚、成膜時間は膜厚を一定にするためにPMDA温度により時間調整した

⑥ 膜厚： $10\mu\text{m}$ ($1\times 10^5\text{\AA}$)

とした以外は、前記実施例1と同様の方法で基板上にポリイミド膜を成膜した。

【0063】そして、PMDAの加熱温度が異なる条件で成膜されたポリイミド膜の夫々について、単位面積 (1cm^2) のポリイミド膜内で大きさ $\phi 10\mu\text{m}$ 以上のパーティクルの数を金属顕微鏡 (倍率100倍) で計測した。尚、計測は1サンプル内で、いずれも5箇所測定し、その平均値をパーティクル密度として表1に示した。

【0064】比較例2

ポリイミド膜の成膜条件を

- ① 基板：スライドガラス (大きさ $76\text{mm}\times 26\text{mm}\times$ 厚さ 1mm)
- ② 原料モノマーの加熱温度
ODA： $183\pm 0.2^\circ\text{C}$
PMDA： $160\pm 0.2^\circ\text{C}$ 、 $170\pm 0.2^\circ\text{C}$ 、 $180\pm 0.2^\circ\text{C}$ 、 $210\pm 0.2^\circ\text{C}$ の4種類
- ③ 基板温度： 200°C
- ④ 成膜中の真空処理室内の圧力： 1Pa ($7.5\times 10^{-3}\text{ Torr}$)
- ⑤ 成膜時間：PMDA温度 $160\pm 0.2^\circ\text{C}$ の場合は4時間
PMDA温度 $170\pm 0.2^\circ\text{C}$ の場合は3時間
PMDA温度 $180\pm 0.2^\circ\text{C}$ の場合は2.5時間
PMDA温度 $210\pm 0.2^\circ\text{C}$ の場合は2時間
尚、成膜時間は膜厚を一定にするためにPMDA温度により時間調整した
- ⑥ 膜厚： $10\mu\text{m}$ ($1\times 10^5\text{\AA}$)

とした以外は、前記比較例1と同様の方法で基板上にポリイミド膜を成膜した。

【0065】そして、PMDAの加熱温度が異なる条件で成膜されたポリイミド膜の夫々について、前記実施例2と同様の方法でパーティクルの数を計測し、その平均値をパーティクル密度として表1に示した。

【0066】

【表1】

を用いた実施例2は、パーティクル密度は原料モノマーの温度に依存しないが、本発明の蒸発源を用いない従来法による比較例2は、パーティクル密度は原料モノマー

の温度に依存することが分かる。

【0068】本発明の蒸発源を備えた真空処理室はの構成は、前記図2（図1の蒸発源1を全方向蒸着重合装置〔日本真空技術株式会社製、商品名VEP3040〕の真空処理室に1個接続）に示す構成に限定されるものではなく、次のような構成としてもよい。その構成について説明する。

【0069】図5は図1の蒸発源1を全方向蒸着重合装置（日本真空技術株式会社製、商品名VEP3040）の真空処理室に2個接続した場合の構成図である。

【0070】先ず、図5に示すように、図1に示す蒸発源1（蒸発源1aと蒸発源1b）をバルブ14を介して真空処理室15内のモノマーノズル16と接続した。

【0071】図5に示す装置には、本発明の蒸発源1aと蒸発源1bから成る蒸発源1の他に、蒸発源1aと蒸発源1bと同様の構成の蒸発源1cと蒸発源1dを有する。

【0072】蒸発源1cは蒸発槽17、原料モノマー18および原料モノマー18を充填するためのアルミニウム製または銅製のルツボ19および蒸発槽17を覆っている蒸発源ヒーター20で構成されている。

【0073】また、蒸発源1dは金属製の真空容器28と真空容器28を覆っている真空容器ヒーター29で構成されている。そして、真空容器28内には冷媒循環器30を介して水または不凍液のような冷媒を循環して冷却出来る金属製の円筒状容器31が配置されている。

【0074】そして、蒸発源1cと蒸発源1dはバルブ32を介して蒸発源1c側に配管ヒーター33aを備える配管33と、蒸発源1d側に配管ヒーター34aを備える配管34とで接続されている。

【0075】また、蒸発源1dは排気バルブ35を介して図示されていない真空排気系と接続されている。また、蒸発源1cと蒸発源1dはバルブ36を介して真空処理室15内のモノマーノズル23に接続した。

【0076】その他の符号は図2と同一のため説明を省略する。また、蒸発源1cの作用は前記蒸発源1aと同様であり、また、蒸発源1dの作用は前記蒸発源1bと同様である。

【0077】このように真空処理室に接続せる蒸発源の構成をいずれも、蒸発源に加熱冷却装置と排気装置を取付けた構成にすることによって、有機化合物膜の両原料モノマーの純度を高めることが出来る。

【0078】勿論、図5に示す蒸発源を備えた真空処理室を用いる場合は、蒸発源1aと蒸発源1bまたは蒸発源1cと蒸発源1dのいずれかを用いるようにしてもよい。

【0079】本発明の有機化合物膜の成膜は前記ポリイミド膜に限定されるものではなく、原料モノマーを昇華で蒸発させ、重合膜（有機化合物膜）を作製する場合にも利用することが出来る。

【0080】

【発明の効果】本発明の蒸発源は、蒸発源のうち少なくとも一方の蒸発源を蒸発源に加熱冷却装置と排気装置を取付けた構成としたので、原料モノマーは蒸発源と加熱冷却装置間で一度真空精製されるから、より純度の高い有機化合物の原料モノマーを容易に得ることが出来る効果がある。また、真空中で有機化合物膜の原料モノマーを精製出来るので、原料モノマーが大気中の水分と反応することがなく、純度の高い状態で供給することが出来る。

【0081】本発明の蒸発源を備えた真空処理室は、真空処理室に接続した蒸発源のうち少なくとも一方の蒸発源を蒸発源に加熱冷却装置と排気装置を取付けた構成としたので、原料モノマーは蒸発源と加熱冷却装置間で一度真空精製されるから、より純度の高い有機化合物の原料モノマーを真空処理室内に容易に供給することが出来る効果がある。また、真空中で有機化合物膜の原料モノマーを精製出来るので、原料モノマーが大気中の水分と反応することがなく、純度の高い状態で真空処理室内に供給することが出来る。

【0082】本発明の有機化合物膜の成膜方法は、原料モノマーのうち少なくとも一方の原料モノマーの蒸発を蒸発源に加熱冷却装置と排気装置を取付けた蒸発源より蒸発させるようにしたので、原料モノマーは蒸発源と加熱冷却装置間で一度真空精製されるから、より純度の高い有機化合物を原料モノマーとして蒸発させることが出来ると共に、精製された有機化合物の原料モノマーを用いることにより、パーティクルの極めて少ない有機化合物膜を容易に成膜することが出来る効果がある。また、真空中で有機化合物膜の原料モノマーを精製出来るので、原料モノマーが大気中の水分と反応することがなく、純度の高い状態で基板上で蒸着重合させることが出来る。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の蒸発源の実施の1例を示す断面図、

【図2】 本発明の蒸発源を真空処理室に接続した実施の1例を示す断面図、

【図3】 本発明の蒸発源を用いて基板上に成膜したポリイミド膜の表面状態〔金属顕微鏡写真（倍率100倍）〕を表わす図面代用写真、

【図4】 従来法で基板上に成膜したポリイミド膜の表面状態〔金属顕微鏡写真（倍率100倍）〕を表わす図面代用写真、

【図5】 本発明の蒸発源を真空処理室に接続した他の実施例を示す断面図。

【符号の説明】

1、1a、1b、1c、1d	蒸発源、	2、17
蒸発槽、3、18	原料モノマー、	4、19
ルツボ、5、20	蒸発源ヒーター、	6、2

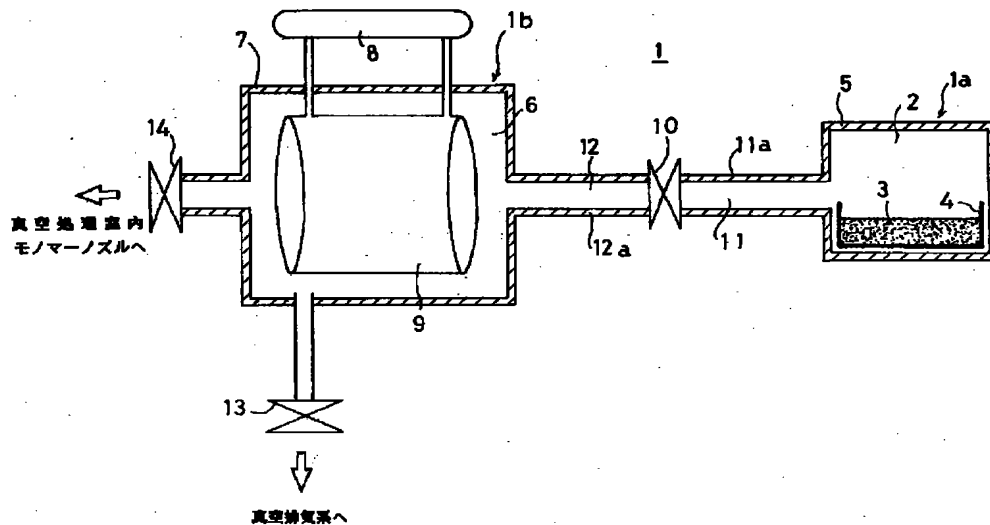
11

12

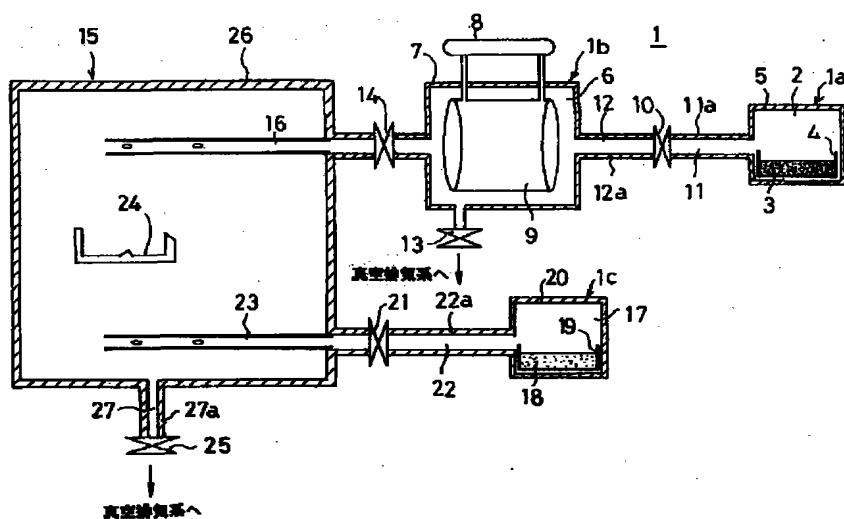
8 真空容器、7、29 真空容器ヒーター、
 8、30 冷媒、9、31 円筒状容器、1
 0、21、32 バルブ、11、12、22、33、
 34 配管、11a、12a、22a、33a、34
 a 配管ヒーター、13、35 排気バルブ、

14、36 バルブ、15 真空処理室、1
 6、23 モノマーノズル、24 基板、25
 排気バルブ、26 真空処理室ヒーター、27
 真空排気系配管、27a 配管ヒーター。

【図1】

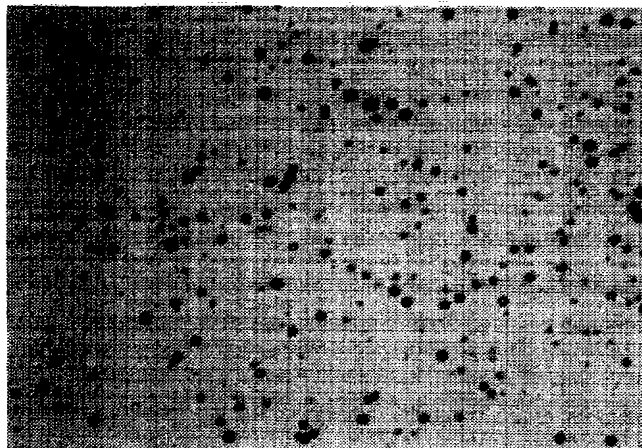


【図2】



【図3】

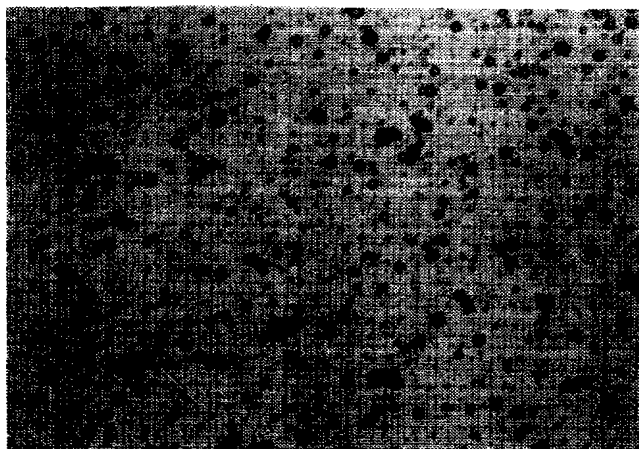
図面代用写真



100 μm

【図4】

図面代用写真



100 μm

【図5】

